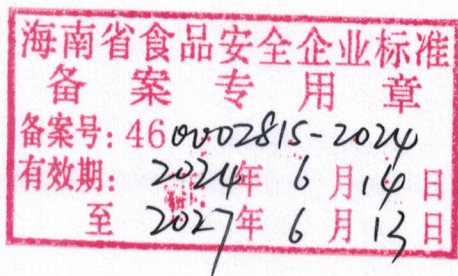


Q/YST

海南省食品安全企业标准

Q/YST 0041S—2024

养生堂®叶黄素黑加仑片



2024-05-15 发布

2024-06-20 实施

养生堂药业有限公司 发布

前 言

本标准按照《中华人民共和国食品安全法》和GB/T 1.1《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准附录A、附录B为规范性附录。

本标准由养生堂药业有限公司、杭州养生堂保健品有限公司提出。

本标准由养生堂药业有限公司、杭州养生堂保健品有限公司起草。

本标准主要起草人：方洁、张朝云、丁成柳。

本标准为首次发布。

养生堂®叶黄素黑加仑片

1 范围

本标准规定了养生堂®叶黄素黑加仑片的技术要求、生产加工过程的卫生要求、试验方法、检验规则以及标签、标志、包装、运输、贮存和保质期的要求。

本标准适用于以叶黄素粉（叶黄素、辛烯基琥珀酸淀粉钠、玉米淀粉、葡萄糖浆、抗坏血酸钠、DL- α -生育酚）、黑加仑提取物、维生素A醋酸酯粉（维生素A醋酸酯、明胶、玉米淀粉、蔗糖、BHT）、抗坏血酸钠、乳糖、薄膜包衣预混剂（聚乙烯醇、滑石粉、聚乙二醇4000、吐温80）、硬脂酸镁为主要原料，通过混合、压片、包衣、包装等生产工艺制成的，具有缓解视觉疲劳保健功能的保健食品养生堂®叶黄素黑加仑片的生产控制、检验和贮运等环节。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB 1886.91 食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁
- GB 1886.44 食品安全国家标准 食品添加剂 抗坏血酸钠
- GB 4789.1 食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则
- GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
- GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
- GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
- GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
- GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
- GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
- GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
- GB/T 5009.19 食品中有机氯农药多组分残留量的测定
- GB 5009.82 食品安全国家标准 食品中维生素A、D、E的测定
- GB 5413.18 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素C的测定
- GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 16740 食品安全国家标准 保健食品
- GB 17405 保健食品良好生产规范
- GB 23350 限制商品过度包装要求 食品和化妆品
- GB 25595 食品安全国家标准 乳糖

YBB00122002 口服固体药用高密度聚乙烯瓶
 YBB00122005 药用固体纸袋装硅胶干燥剂
 YBB00132002 药用包装用复合膜、袋通则
 YBB00172002 聚酯铝聚乙烯药品包装用复合膜、袋
 国家市场监督管理总局令第70号《定量包装商品计量监督管理办法》
 《中华人民共和国药典》

3 技术要求

3.1 原辅料要求

- 3.1.1 叶黄素粉、黑加仑提取物、维生素 A 醋酸酯粉：应符合附录 A 的规定。
 3.1.2 抗坏血酸钠：应符合 GB 1886.44 的规定。
 3.1.3 乳糖：应符合 GB 25595 的规定。
 3.1.4 薄膜包衣预混剂：应符合附录 B 的规定。
 3.1.5 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》或 GB 1886.91 的规定。

3.2 感官要求

应符合表1的要求。

表1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色 泽	包衣呈无色透明，片芯呈深紫色	取适量试样置于白色瓷盘中，在自然光下观察色泽和状态，嗅其气味，用温开水漱口，品其滋味
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味	
性 状	包衣片剂，完整光洁，无裂片，表面干燥，不粘连	
杂 质	无正常视力可见外来异物	

3.3 标志性成分指标

应符合表2的规定。

表2 标志性成分指标

项 目	指 标	检验方法
叶黄素, mg/100g $\geq$	320	4.1叶黄素的测定
花青素, mg/100g $\geq$	2666.67	4.2花青素的测定
维生素 A, mg/100g	18.6~34.9	GB 5009.82

3.4 保健功能

具有缓解视觉疲劳保健功能。

3.5 理化指标

应符合表3的规定。

表3 理化指标

项 目	指 标	检验方法
维生素 C, mg/100g ≤	2660~5000	GB 5413. 18
水分, g/100g ≤	8. 0	GB 5009. 3
灰分, g/100g ≤	3. 0	GB 5009. 4
崩解时限, min ≤	60	《中华人民共和国药典》
铅 (以 Pb 计), mg/kg ≤	2. 0	GB 5009. 12
总砷 (以 As 计), mg/kg ≤	1. 0	GB 5009. 11
总汞 (以 Hg 计), mg/kg ≤	0. 3	GB 5009. 17
六六六, mg/kg ≤	0. 2	GB/T 5009. 19
滴滴涕, mg/kg ≤	0. 2	GB/T 5009. 19

3. 6 微生物指标

应符合表4的规定。

表4 微生物指标

项 目	指 标	检验方法
菌落总数, CFU/g ≤	10000	GB 4789. 2
大肠菌群, MPN/g ≤	0. 92	GB 4789. 3 MPN 计数法
霉菌和酵母, CFU/g ≤	50	GB 4789. 15
金黄色葡萄球菌 ≤	0/25g	GB 4789. 10
沙门氏菌 ≤	0/25g	GB 4789. 4

3. 7 重量差异指标

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下片剂的规定。

4 试验方法

4. 1 叶黄素的测定

4. 1. 1 仪器

4. 1. 1. 1 高效液相色谱仪（带紫外检测器）。

4. 1. 2 色谱条件

4. 1. 2. 1 色谱柱: YMC™Carotenoid (4. 6×250mm, 5μm)。

4. 1. 2. 2 检测波长: 445nm。

4. 1. 2. 3 流速: 1. 0mL/min。

4. 1. 2. 4 进样量: 20μL。

4. 1. 2. 5 按表 5 进行洗脱。

表 5 梯度洗脱

时间, min	甲醇, %	甲基叔丁基醚, %
0	85	15

表5 梯度洗脱（续表）

时间, min	甲醇, %	甲基叔丁基醚, %
10	78	22
11	10	90
15	10	90

4.1.3 标准溶液制备：称量 10.0mg 标准物质，用二氯甲烷溶解并定容至 10mL 容量瓶，在-80℃冰箱中避光保存，得标准储备液。吸取标准储备液于 100mL 容量瓶，用甲醇定容至刻度，充分混匀，配制成 20mg/L 标准中间溶液。将标准中间溶液分装于液相小瓶中，在-80℃冰箱中保存。根据灵敏度和使用需要，用丙酮稀释成工作溶液，备用。

4.1.4 供试品溶液制备：称量约 100mg 样品于 100mL 容量瓶中，加入 20mL 氢氧化铵缓冲溶液和 2 滴碱性蛋白酶，在 55℃水浴中超声 20min，每 5min 摇动一次。待样品溶液冷却至室温后，用丙酮定容至 100mL，磁力搅拌 20min。静置 5min 至溶液澄清。取上清液，经 0.45μm 滤膜过滤后备用。

4.1.5 测定：分别取标准溶液及供试品溶液，按上述色谱条件上机测定，以色谱峰峰面积积分值计算供试品含量。

4.1.6 结果计算

$$X = \frac{C \times F}{m}$$

式中：

X—样品中叶黄素的含量，mg/g；

C—供试品溶液的叶黄素浓度，mg/L；

F—定容体积，L；

m—样品质量，g。

4.2 花青素的测定

4.2.1 仪器

4.2.1.1 分光光度计。

4.2.2 标准溶液制备：精密称取矢车菊素-3-O-葡萄糖苷标准品 5mg，用 1%盐酸甲醇溶液定容到 10mL，配成 0.5mg/mL 的标准储备液。精密吸取标准储备液一定量到 10mL 容量瓶中，用 1%盐酸甲醇溶液定容，配成 25, 50, 80, 100, 200μg/mL 的标准品溶液，备用。

4.2.3 供试品溶液制备：精密称取 20-200mg 左右的样品于 100mL 的容量瓶中，加一定量的 1%盐酸甲醇溶液，避光超声提取半小时，冷却，用 1%盐酸甲醇溶液定容，过滤，作为供试品溶液待测。

4.2.4 标准曲线绘制：每种标准品溶液各取 1mL，分别用 pH1.0 缓冲液和 pH4.5 缓冲液定容至 10mL，在 4℃下放置 2h 后，在 510nm 和 700nm 下测吸光值，以吸光值 $(A_{510nm} pH1.0 - A_{700nm} pH1.0) - (A_{510nm} pH4.5 - A_{700nm} pH4.5)$ 为纵坐标，浓度为横坐标进行线性回归分析，绘制标准曲线。

4.2.5 测定：取两个 10mL 容量瓶各加入 1mL 供试品溶液，分别用 pH1.0 缓冲液和 pH4.5 缓冲液定容，在 4℃ 下放置 2h 后，分别在 510nm 和 700nm 下测吸光值，得到吸光值 $(A_{510nm} pH1.0 - A_{700nm} pH1.0) - (A_{510nm} pH4.5 - A_{700nm} pH4.5)$ 。根据测得的吸光值，采用外标法通过标准曲线计算得到供试品溶液的花青素浓度。

4.2.6 结果计算

$$X = \frac{C \times V}{m} \times 100$$

式中：

X—样品中总花青素的含量，mg/100g；

C—供试品溶液的花青素浓度，ug/ml；

V—定容体积，ml；

m—样品质量，mg。

5 生产加工过程中的卫生要求

应符合 GB 17405 的要求。

6 检验规则

6.1 原料要求

原料入库前应由厂质量监督检验部门按原料要求标准检验，合格后方可入库使用。

6.2 组批

以同一批投料、同一生产日期、连续生产的包装完好的产品为一组批。

6.3 抽样方法和数量

在生产线或仓库内按每批产品包装件数（指基本包装箱）的 1% 随机抽样，不足 1 千件者按 1 千件计。每批产品抽样数量不少于 350g 或至少 8 个独立包装，分别用于感官要求、标志性成分、重量差异、理化指标和微生物指标检验及留样。

6.4 出厂检验

产品出厂须经工厂检验部门逐批检验，合格后方可出厂。出厂检验项目包括感官要求、重量差异、水分、灰分、崩解时限、叶黄素、花青素、菌落总数、大肠菌群。

6.5 型式检验

型式检验是对产品质量进行的全面考核，正常生产时每年进行一次，检验项目包括本标准技术要求中的全部项目。有下列情况之一时亦应进行型式检验。

a) 产品正式投入生产时；

b) 正式生产后，如主要原辅料来源有较大变化或更换主要生产设备，可能影响产品质量时；

- c) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时;
- d) 长期停产 6 个月以上, 恢复生产时;
- e) 食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

6.6 判定规则

所检项目检验结果全部符合本标准规定时, 判该批产品为合格品。微生物指标不符合本标准要求时, 判该批产品为不合格品, 不得复检。除微生物指标外, 其它项目检验结果不符合本标准要求时, 可以在原批次产品中双倍抽样复检一次, 判定以复检结果为准。复检后仍有一项或一项以上不符合标准, 则判该批产品为不合格品。

7 标签、标志、包装、运输、贮存

7.1 标签、标志

产品标签应符合 GB 7718、GB 16740 的规定。产品外包装应符合 GB/T 191 的规定。

7.2 包装

产品采用塑料瓶包装, 每瓶 60 片, 每片重 0.75g。包装材料塑料瓶应符合 YBB00122002、封口膜应符合 YBB00132002、YBB00172002 的规定, 包装瓶内固体干燥剂应符合 YBB00122005 的规定。产品销售包装应符合 GB 23350 的要求。运输用纸箱应符合 GB/T 6543 的要求。产品的包装形式、包装规格也可按市场需求约定。

7.3 运输

运输工具必须清洁、干燥、无异味、无污染; 运输时应防雨、防潮、防晒; 装卸时轻放轻卸, 不得与有毒、有害、有异味或其他可能影响产品品质的物品混装、混运。

7.4 贮存

产品应储存于干燥、通风的仓库内; 仓库周围应无异气污染; 不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀或其他可能影响产品品质的物品同库储存。包装箱离墙应有 20cm 以上的距离, 底部应有 10cm 以上的垫板。

8 保质期

在符合本标准规定的条件下, 产品保质期为 24 个月。

附 录 A
(规范性附录)
原料要求

A.1 叶黄素粉(叶黄素、辛烯基琥珀酸淀粉钠、玉米淀粉、葡萄糖浆、抗坏血酸钠、DL- α -生育酚)

应符合表A.1 的规定。

表A.1 叶黄素粉质量要求

项 目	指 标
来源	叶黄素、辛烯基琥珀酸淀粉钠、玉米淀粉、葡萄糖浆、抗坏血酸钠、DL- α -生育酚
制法	经加水混合、低压蒸馏、喷雾干燥等主要工艺制成
感官要求	桔黄色至桔红色粉末
叶黄素, %	$\geq$ 10.0
水分, %	$\leq$ 8.0
灰分, %	$\leq$ 3.0
铅(以Pb计), mg/kg	$\leq$ 0.5
总砷(以As计), mg/kg	$\leq$ 0.3
总汞(以Hg计), mg/kg	$\leq$ 0.3
菌落总数, CFU/g	$\leq$ 1000
大肠菌群, MPN/g	$\leq$ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	$\leq$ 50
沙门氏菌	$\leq$ 0/25g
金黄色葡萄球菌	$\leq$ 0/25g

A.2 黑加仑提取物

应符合表A.2的规定。

表A.2 黑加仑提取物质量要求

项 目	指 标
来源	醋栗科植物黑加仑Ribesnigrum L. 的果实
制法	黑加仑果实经粉碎、提取(2倍量45%~55%乙醇 $\geq$ 85℃提取2次, 每次2h)、滤过、合并滤液、通过大孔吸附树脂柱、用乙醇梯度洗脱、收集洗脱液、浓缩、喷雾干燥(进风温度150~195℃, 出风温度95~105℃)等主要工艺制成
感官要求	深紫色固体粉末
花青素, %	$\geq$ 25.0

表 A.2 黑加仑提取物质量要求（续表）

项 目	指 标
水分, %	≤ 5.0
粒度	98%过80目
灰分, %	≤ 3.0
铅（以Pb计）, mg/kg	≤ 0.5
总砷（以As计）, mg/kg	≤ 0.3
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤ 0.2
二乙烯苯, μg/kg	< 50
菌落总数, CFU/g	≤ 1000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	≤ 0/25g
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g

A.3 维生素A醋酸酯粉（维生素A醋酸酯、明胶、玉米淀粉、蔗糖、BHT）

应符合表A.3的规定。

表A.3 维生素 A 醋酸酯粉质量要求

项 目	指 标
来源	维生素A醋酸酯、明胶、玉米淀粉、蔗糖、BHT
制法	经乳化、雾化、气雾冷却等主要工艺制成
感官要求	淡黄色粉末
维生素A, IU/g	≥ 500000
干燥失重, %	≤ 5.0
铅（以Pb计）, mg/kg	≤ 0.5
总砷（以As计）, mg/kg	≤ 0.3
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤ 0.3
菌落总数, CFU/g	≤ 1000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	≤ 0/25g
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g

附 录 B
(规范性附录)
辅料要求

B.1 薄膜包衣预混剂（聚乙烯醇、滑石粉、聚乙二醇 4000、吐温 80）

应符合表B. 1的规定。

表 B. 1 薄膜包衣预混剂质量要求

项 目	指 标
来源	聚乙烯醇、滑石粉、聚乙二醇4000、吐温80
制法	经混合、包装等主要工艺制成
感官要求	类白色粉末
灰分，%	25.80~33.80
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤ 1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	≤ 0/25g
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g